

 <p>UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA SEDE MEDELLÍN</p>	Calidad del dato analítico
	LABORATORIO DE SUELOS

Evaluación de la calidad del dato analítico

Universidad Nacional
Facultad de Ciencias
Escuela de Geociencias

Orlando Ruiz Villadiego, Químico MSc.
E-mail: osruiz@unal.edu.co

Introducción

En un laboratorio de análisis químico de suelos se genera información, la calidad de esta información depende de un proceso complejo que implica un conjunto de acciones internas y externas al laboratorio mismo; pero que en definitiva se suman y pueden modificar substancialmente la naturaleza de la información obtenida. Es claro entonces que la valoración del dato analítico implica para quien lo usa un conocimiento no solo de su aplicabilidad final; caso común; si no también reconocer el proceso que lo origina. Generalmente el dato analítico es el resultado de la aplicación de una técnica de análisis que se traduce en una metodología específica cuyo fundamento es un procedimiento perfectamente definido cuya aplicabilidad se fundamenta en unos principios teóricos que tienen en cuenta la naturaleza química de la muestra; el estado de asociación de los diferentes analitos presentes en ella y el efecto particular que tienen los diferentes reactivos extractantes sobre las especies químicas que se desean cuantificar; por lo tanto es claro que la extrapolación de estos procedimientos a muestras distintas a suelos; genera una información que no tiene ninguna validez.

Garantizar la calidad de los datos generados en un laboratorio, implica por lo tanto la aplicación de un conjunto de acciones internas y externas; todas estas acciones se fundamentan en una política de calidad general cuyo objetivo esencial es el mejoramiento permanente de todos los procesos que posibilitan la obtención de un dato analítico; a nivel interno el laboratorio establece una normatividad cuya materialización es lo que se conoce como Manual de Calidad; adicionalmente se definen unas políticas generales que hacen operativas las directivas establecidas en el manual; en lo que se conoce como aseguramiento de la calidad; los medios que permiten el control del sistema y las pautas que facilitan las políticas generales de control.



Adicionalmente el laboratorio suele validar su funcionamiento recurriendo a un control externo mediante su participación en ejercicios comparativos con otros laboratorios.

Control de la calidad

Sistema de medición en el análisis químico

La información que se genera en un laboratorio depende de un proceso que implica una serie de etapas; en primer lugar, se define un modelo donde se trazan las metas del estudio planteado; en seguida es necesario seleccionar los procedimientos analíticos, número de análisis, sitios de muestreo, tiempo y costos, personal y equipos disponibles. El paso siguiente es la recolección de las muestras, almacenamiento y preservación; y los tratamientos físicos previos al análisis químico; la etapa siguiente es el análisis químico propiamente dicho donde normalmente la muestra sufre una transformación radical que implica extracciones o disoluciones, la composición de la solución aportará una información que reflejara la validez del modelo propuesto.

Dentro de este proceso son de vital importancia lo que se conoce como técnicas de análisis; espectrofotometría, volumetría, gravimetría; etc. cada una de ellas se fundamentan en principios químicos o fisicoquímicos, que se traducen en un procedimiento específico o en un sistema de medición cuyo objetivo fundamental es aportar información sobre la composición química de la muestra.

En la mayor parte de los laboratorios de análisis químico se utilizan adaptaciones de las técnicas Taylor,(1983)en lo que se conoce como métodos de análisis; es decir son adaptaciones de las técnicas de análisis para resolver problemas específicos; por ejemplo, utilizamos la técnica colorimétrica, utilizando el método de la Azometina H para cuantificar el boro. Todo método implica un procedimiento perfectamente definido que garantice su reproducibilidad. Cuando estos procedimientos son validados por instituciones de reconocida competencia; para muestras específicas; el procedimiento adquiere la categoría de protocolo.



En un laboratorio de análisis químico de suelos se emplean fundamentalmente dos tipos de métodos: estequiométricos; la calibración de un reactivo permite relacionar la cantidad de patrón con la cantidad de analito, por un mecanismo químico. Por ejemplo las volumetrías; es decir, calibramos la solución de NaOH (patrón) utilizando un estándar primario (Ftalato ácido de Potasio); luego utilizamos una relación estequiométrica genérica que nos permita calcular la cantidad de analito que ha reaccionado con una cantidad específica de esta solución patrón.

Métodos comparativos; es decir la respuesta de la muestra y de una serie de soluciones patrón se relacionan entre sí a través de una función de calibración(curva de calibración); manteniendo constantes las condiciones experimentales.

La mayor parte de la información que se genera, es el producto de la aplicación de estos métodos; pero es necesario garantizar la calidad de esta información; esto se logra mediante la implantación de un sistema integrado de calidad que controle cada una de las etapas involucradas en el proceso que culmina con la aplicación de las metodologías mencionadas. Es decir, tenemos que implementar, lo que se conoce internacionalmente como Buenas Practicas de Laboratorio; que no es otra cosa que establecer un sistema que tiene en cuenta los siguientes aspectos: gerencia del sistema, personal perfectamente entrenado; facilidades locativas y de equipos; manuales para cada uno de los procesos que se realizan en el laboratorio; todas estas acciones deben estar documentadas en lo que se conoce como Manual de Calidad; que es algo así como la carta de navegación que orienta y controla el sistema como un todo.

El proceso anterior ha tenido una respuesta a nivel nacional que pretende la acreditación de los laboratorios; para este proceso se han expedido una serie de normas, que tienen en cuenta los siguientes aspectos: Requisitos generales para la competencia técnica de los laboratorios de ensayo; norma colombiana 3000; Requisitos generales para la aceptación de los laboratorios de ensayo; norma 3001; Desarrollo y operación de la prueba de eficiencia para laboratorios de ensayo; norma 3002; Pautas para la presentación de los resultados de los ensayos; norma 3003; Pautas para el desarrollo de un manual de calidad; norma 3004; en las normas 3005 y 3006 se definen cuales son los criterios que definen la competencia de los organismos que se encargan



de este proceso de acreditación y de los criterios generales para la evaluación de los laboratorios que se sometan a este proceso (Icontec, 1990).

Los laboratorios involucrados en el análisis de muestras de suelo deben participar de este proceso de cualificación; pero es necesario ir agotando una serie de etapas que facilitaran la acreditación; el soporte de todo este esfuerzo deben ser las pautas establecidas en el manual de calidad del laboratorio.

Para lograr lo que se plantea en este manual es necesario contar con un mecanismo que controle la calidad; junto a un proceso de aseguramiento, que se traduce en un ajuste permanente, mediante acciones correctivas que optimicen su funcionalidad.

Este manual de calidad consta de tres partes ISO 49, (1986): Definición de las políticas de calidad; procedimientos administrativos de la organización donde se definen responsabilidades de cada uno de los participantes y la descripción detallada de las metodologías empleadas en el laboratorio (Schultz, 1991).

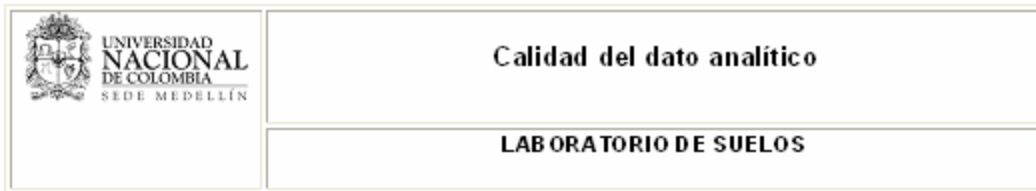
Políticas de calidad; se establecen las metas que se alcanzarán con la puesta en ejecución del sistema de garantía de la calidad; se definen los recursos disponibles, asignación de personal y requisitos de espacio. Todo esto debe ser gerenciado; por lo tanto es necesario identificar al personal que desarrollara el programa y sus funciones específicas dentro del modelo de gestión. Adicionalmente es necesario documentar todas los procesos que se dan en el laboratorio: protocolo de muestreo y preparación de muestras; protocolo del proceso de medición y calibración; y protocolo de la manipulación de los datos.

A continuación se describe el contenido de un manual típico de calidad:

Terminología y alcance, plan general para alcanzar los objetivos propuestos.

Es necesario especificar qué áreas específicas del laboratorio serán cubiertas por el manual; por lo tanto debe definirse cuales metodologías estarán bajo control.

Descripción del laboratorio; campos de actividad, estructura jerárquica de la organización.



Personal; descripción de los puestos, registros que cubren la experiencia académica de las personas que participan en el programa de control de la calidad; supervisión del personal.

Equipos de pruebas y medición; es necesario un inventario de todas las herramientas y equipos que se requieren para realizar las pruebas. Documentar el proceso de calibración, fecha de la última calibración y descripción del sistema de alerta que indica que la calibración está vencida. Definir un programa de mantenimiento para cada uno de los equipos.

Documentación de todos los métodos analíticos; en caso de modificación de los métodos; especificar claramente la modificación, acompañada por el proceso que valida esos cambios.

Manejo de muestras: recepción, identificación, almacenamiento y disposición de las muestras; y mecanismos de protección y seguridad que mantiene la integridad de las muestras.

Verificación de los resultados; se describe el proceso de auditoría para verificar los cálculos y la transferencia de datos de tipo manual o mediante computadoras.

Informes de las pruebas; se describen cada uno de los formatos y de los informes junto con los mecanismos para la corrección o adición a informes ya emitidos.

Acciones correctivas; pruebas de competencia y comparación entre laboratorios; uso de materiales de referencia y describir el mecanismo mediante el cual el laboratorio responde las quejas de tipo técnico.

Mantenimiento de los registros; se describe el registro de las observaciones originales, registros de calibración y mantenimiento de equipos y los informes definitivos de las pruebas.

Confidencialidad de la información; archivo histórico, manejo de subcontrataciones y de instalaciones externas.

Como se ve este proceso implica un esfuerzo complejo y dilatado en el tiempo; por lo que es necesario precisar cuales son los pasos que en principio facilitarían grandemente los esfuerzos subsiguientes; en primer lugar tener documentados cada uno de los procedimientos que se utilizan en el laboratorio; personal humano perfectamente entrenado; utilización de métodos de reconocida aceptación; y contar con facilidades locativas y de equipos.

 UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA SEDE MEDELLÍN	Calidad del dato analítico
	LABORATORIO DE SUELOS

Evaluación interna

El proceso necesariamente empieza por lo que se conoce como aseguramiento de la calidad o garantía de calidad interna; en donde debe demostrarse que cada metodología empleada en el laboratorio se encuentra bajo control; es decir, cuando el valor medido de un parámetro de calidad fluctúa en el tiempo, de acuerdo con las leyes de probabilidad, alrededor de un valor esperado Valcarcel, (1992); este proceso implica un control de calidad interno que garantice la eliminación de todas las fuentes de errores sistemáticos.

Estos procedimientos internos se fundamentan en la utilización de muestras de control o muestras internas; esta muestra se prepara, homogeniza y analiza varias veces en el laboratorio o en colaboración con otros laboratorios, hasta considerar que se conocen su composición, con cierto nivel de certeza, normalmente es recomendable utilizar varias muestras de control interno, de tal manera que los parámetros analizados abarquen diferentes rangos de concentración; normalmente se prepara una cantidad de muestra suficiente para un año.

Esta muestra de control interno presentará un comportamiento que depende en primer lugar de su naturaleza; el suelo a diferencia de otro tipo de muestras, es un material cuya composición química es bastante heterogénea y por lo tanto es de esperarse que presente variaciones relativamente grandes si se le compara con otro tipo de muestras patrón. Un suelo es un sistema heterogéneo en donde predominan dos fases: una fase inorgánica compuesta de minerales que predomina casi siempre sobre una fase orgánica compuesta de residuos de plantas y animales en diferentes estados de descomposición; adicionalmente el suelo es lo que podríamos llamar una muestra viva; es decir, es un sistema que soporta una amplia variedad de microorganismos que permanentemente están interaccionando con las dos fases mencionadas; produciendo transformaciones continuas; por lo tanto las características fisicoquímicas de la muestra están cambiando permanentemente; por lo tanto debe garantizarse la integridad original de la muestra; inhibiendo la acción de los microorganismos.



La aplicación de un dato analítico en el área de suelos implica generalmente el manejo de rangos relativamente amplios desde el punto de vista agronómico. Por lo tanto debe tenerse en cuenta que, muchas veces variaciones grandes desde el punto de vista matemático y estadístico, pueden ser agronómicamente aceptables.

El proceso de control interno utilizando estas muestras de control se realiza de diferentes maneras (Taylor, (1987): realizar medidas repetitivas sobre una misma muestra; usar cartas de control en donde de manera gráfica se representa la variación en el tiempo del valor que se obtiene al medir repetidamente un mismo parámetro en una misma muestra. También puede hacerse este control realizando los respectivos análisis utilizando métodos independientes que hayan sido comprobados por algún organismo oficial.

El procedimiento más simple dentro de un laboratorio para cumplir con esta tarea es la construcción de gráficos de control; es una técnica gráfica en donde se define un intervalo de confianza y que permiten una vez producido un dato, detectar si este es anómalo o normal desde el punto de vista estadístico. Como se ve es un proceso a posteriori, pero nos indica el grado de control del sistema analítico.

A continuación describimos los pasos necesarios para la construcción de un gráfico de control; que nos permita hacer un seguimiento en el tiempo de un determinado parámetro; pH, Ca, Mg; etc, en una muestra de control específica (Kume, 1994).

1. Recoger 50 datos; estos datos pueden ser el resultado de los valores obtenidos para el parámetro durante 5 semanas; es decir cada semana analizamos la muestra control 5 veces; el número de datos dependerá de la frecuencia con que midamos el parámetro considerado; es decir tenemos bloques de datos obtenidos en una semana; en un día; un mes etc.
2. Calcule los valores promedio de cada bloque o subgrupo; por lo general, el resultado se calcula con una cifra decimal más que aquellas de los datos originales.

 UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA SEDE MEDELLÍN	Calidad del dato analítico
	LABORATORIO DE SUELOS

3. Calcule el promedio bruto dividiendo el total de los promedios de cada subgrupo por el número de subgrupos; este promedio global se calcula con dos cifras decimales más que aquellas de los datos originales.
4. Este promedio bruto será la línea central de la gráfica de control y alrededor de este valor fluctuarán los datos; se establecen lo que se conoce como límites de aviso; es decir se define un intervalo de confianza alrededor del promedio global que estará dado por $X \pm 2S/\sqrt{n}$, ($n=5$; para nuestro ejemplo) incorporan aproximadamente un 95% de los resultados, de acuerdo a un proceso aleatorio con una distribución Gaussiana. Se define también lo que se conocen como límites de acción y están situados a una distancia a $\pm 3S/\sqrt{n}$ e incorpora aproximadamente un 99.8% de los resultados.

Todos estos datos se obtienen a partir de la muestra de control; es por ello que estas muestras deben presentar un nivel de homogeneidad muy alto; y ser muy similares a las muestras reales cuya producción desea controlarse. La definición de estos límites puede variar dependiendo del grado de ajuste; y de la variabilidad intrínseca de nuestra muestra control.

Así podemos encontrar límites definidos en términos del rango promedio de los subgrupos o bloques; o si necesitamos un estudio previo del grado de control estadístico del proceso podemos tomar valores individuales para un mínimo de 10 mediciones realizadas en días diferentes; debe hacerse un seguimiento de los datos obtenidos de tal manera que aquellos resultados que incrementen el coeficiente de variación por encima del 20% deben ser desechados; por lo tanto se hace necesario realizar nuevas determinaciones hasta lograr C.V menores del 20%; para este caso los límites de aviso se fijan a una distancia de $\pm 1S$ y los límites de acción a una distancia de $\pm 2S$; es decir cualquier resultado que supere estos límites debe ser desechado (3).

Es muy común utilizar el rango promedio para estimar estos límites de control; para lo cual se tienen tablas estadísticas donde se indican los múltiplos de R que deben ser usados dependiendo del número de repeticiones y del nivel de confianza aceptado. A continuación mostramos un fragmento de esta tabla.

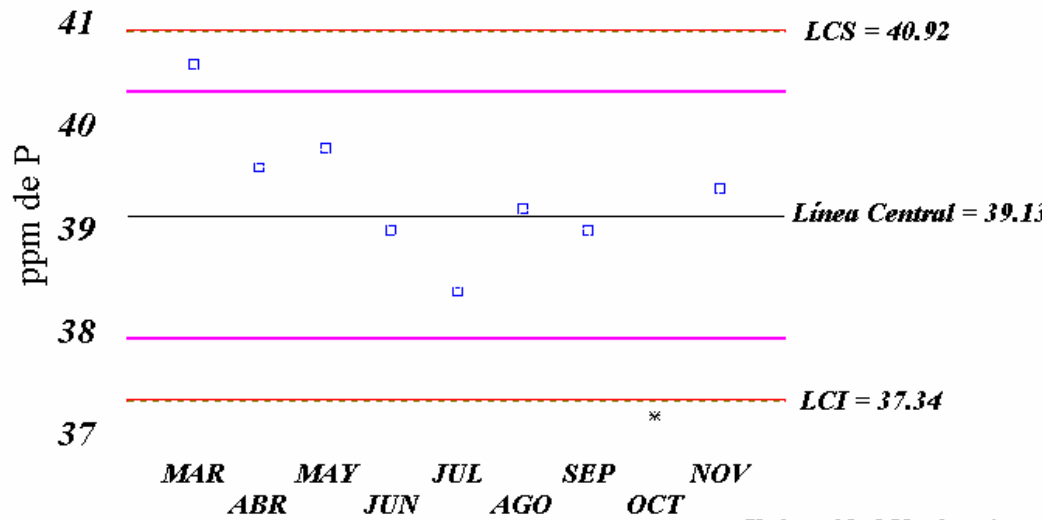
Repeticiones	Gráfica X		Gráfica R	
	A_2	D_3	D_4	d_2
2	1.88		3.267	1.128
3	1.023		2.575	1.693
4	0.729		2.282	2.059
5	0.577		2.115	2.326
6	0.483		2.004	2.534

Así para una gráfica donde se controle la “exactitud”, la línea central es el promedio bruto de los datos y los límites de control superior e inferior se definen como múltiplos del rango promedio de los datos, en donde el factor multiplicativo se da en términos de A_2 ; y teniendo en cuenta el número de repeticiones; entonces estos límites se sitúan a $\pm A_2R$ de la línea central (Kume, 1994).

Para el caso de gráficos que nos permiten controlar la precisión utilizamos como línea central el rango promedio y los límites de control nuevamente como múltiplos de R; en este caso solamente se considera un límite superior de control situado a una distancia D_4R de la línea central.

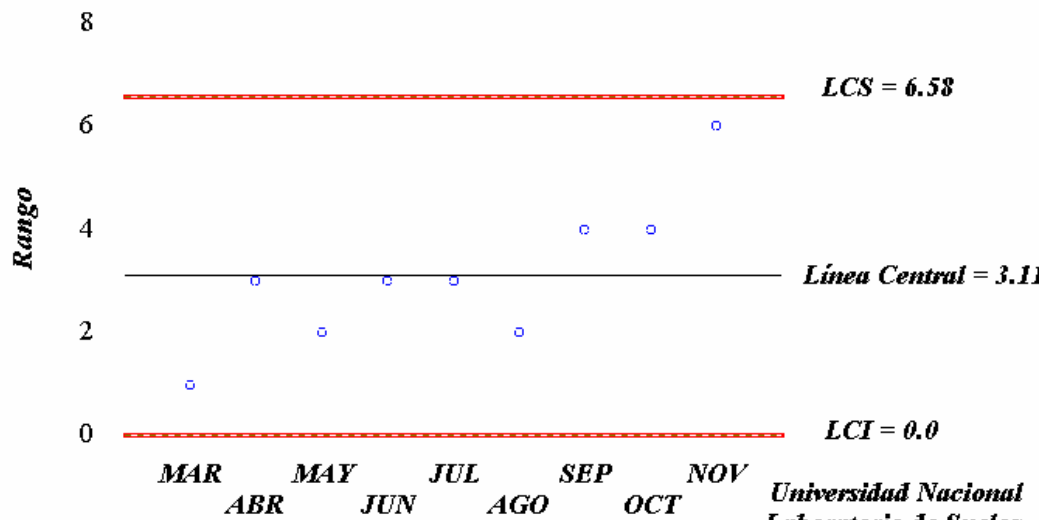


Gráfico de control para el P (muestra control T2)
1996



Universidad Nacional
Laboratorio de Suelos

Gráfico de control de la precisión P(muestra control T2)
1996



Universidad Nacional
Laboratorio de Suelos



Hay ciertas pautas que nos permiten deducir el estado de control del sistema analítico al observar los datos en este tipo de gráficos; así por ejemplo; si un resultado analítico esta fuera del límite de aviso no requiere ninguna acción, siempre que el siguiente este situado dentro de los límites.

Si dos resultados consecutivos se encuentran fuera de los límites de aviso pero dentro de los de acción, se tendría que revisar el proceso y actuar convenientemente para remediar el hecho.

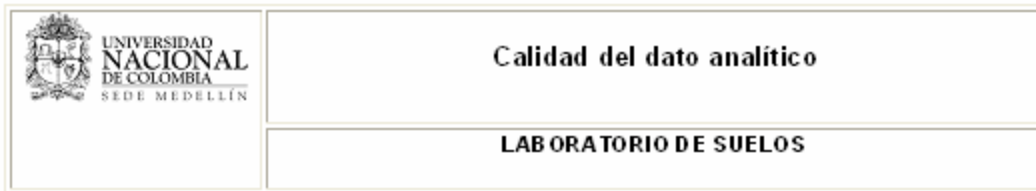
Si ambos resultados están al mismo lado de la media sería una indicación de un error sistemático; si por el contrario se sitúan en lados distintos sería una indicación de errores aleatorios considerables.

Si un resultado esta fuera del límite de acción, el sistema esta fuera de control estadístico.

Cuando se presenta este hecho se hace necesario chequear cada una de las etapas de la metodología empleada hasta lograr nuevamente el control estadístico; esto se consigue cuando tres resultados consecutivos, se encuentran dentro de los límites de aviso (Pola, 1993).

Con el tipo de gráficas mencionadas se controla el grado de “exactitud” del proceso de medida; así mismo es posible construir este tipo de gráficos para controlar un parámetro asociado con uno o varios estándares; lo cual nos permitiría decidir en que momento desecharlos. Podemos también utilizarlos para controlar la precisión mediante gráficos de la desviación estándar o del rango o recorrido de una serie de repeticiones del mismo análisis a lo largo del tiempo.

En este último caso la línea central del gráfico es el rango promedio de un número específico de repeticiones; los límites de aviso y control se calculan utilizando múltiplos de este rango promedio dependiendo del numero de repeticiones y del nivel de confianza seleccionado. Para el caso de rangos obtenidos de duplicados; los límites de aviso se sitúan a $\pm 2.512R$ y los límites de acción a $\pm 3.267R$ de la línea central.



Evaluación externa.

Suelen utilizarse diferentes ejercicios comparativos con otros laboratorios involucrados en el mismo campo de acción; estos ejercicios son de diferente tipo: ejercicios de intercomparación; intercambio de muestras entre laboratorios; uso de materiales de referencia certificados o externos, o mediante la auditoria externa.

Normalmente los laboratorios de suelos participan en ejercicios de intercomparación donde se pretende realizar un ejercicio de intercalibración; el objetivo de este tipo de trabajos es evaluar al laboratorio al comparárselo con otros laboratorios; este ejercicio pretende obtener una visión general de los errores analíticos que presentan un grupo específico de laboratorios, o para medir la calidad de un laboratorio en particular.

En el país este ejercicio de intercalibración se inició en el año 1996 con la participación de 14 laboratorios, en lo que se conoce como Control Analítico de Laboratorios de Suelos CALS. La selección de las muestras, cuatro en total; preparación y distribución se le encargó inicialmente al Laboratorio de Suelos del Instituto Geográfico Agustín Codazzi. Se pretende hacer un seguimiento de los 14 parámetros que normalmente se analizan en un suelo: pH, CIC, Ca, Mg, K, Na, Fe, Cu, Zn, Mn, B, P, Carbono orgánico y acidez intercambiable. De el informe trimestral 96.1, Julio-Septiembre, presentamos los datos reportados por los diferentes laboratorios para los parámetros pH y Ca. (Tabla 1 y 2).

El análisis estadístico se basa en la mediana por ser un estimador robusto(insensible) frente a los valores extremos; y de la mediana de las desviaciones absolutas, MAD; la aplicación de este método estadístico se hace para un número de datos mayor a siete($n > 7$); el criterio utilizado para rechazar datos anómalos es el siguiente: se calcula un estadístico definido como $|x - \mu| / (f * \sigma)$, donde $f(15\%) = 0.7722 + 1.604/n * t$, donde t es el valor al 2.5% de la distribución t con n-1 grados de libertad; sí la expresión anterior es mayor que 2, se rechaza el dato en cuestión; los datos desenfocados se eliminan y se calcula una segunda mediana y una segunda MAD; nuevamente se aplica el filtro descrito para poder eliminar posibles nuevos datos anómalos.


	Calidad del dato analítico			
	LABORATORIO DE SUELOS			

Tabla 1.

Propiedad:	# Muestra			
pH	554	555	556	557
# DE LAB.				
1	5	6.6	4.8	7.1
2	5.1	6.75	5.2**	6.9
3	5	6.5	4.8	7.1
4	5.2	6.4	5	6.8
5	5.4	6.2	5.5	7
6	5.5	6.5	4.8	7.2
7	5.25	6.35	4.9	6.7
8	4.8	6.6	4.6	7.1
9	5.1	6.1**	4.8	6.5
10	5.1	6.5	4.9	7
11				
12	5	6.3	4.6	6.9
13	5	6.5	4.7	6.7
14	4.9	6.3	4.5	6.6
Mediana(1)	5.1	6.5	4.8	6.9
Mediana(2)		6.5	4.8	
MAD(1)	2.3	0.1	0.1	0.2
MAD(2)		0.1	0.1	

MAD corresponde a la mediana de los valores absolutos de las observaciones menos su mediana $|x - \mu|$

** Datos anómalos

Tabla 2.

Propiedad:	# Muestra			
Ca	554	555	556	557
# DE LAB.				
1	0.73	20.21	0.05	30.25
2	0.9	25.2	0.3	37.7
3	1.22	22	0.39	30.72
4	0.8	19.9	0.1	30.5
5	1.22	19.4	0.31	16.4
6	0.49	20.5	0.16	39.9
7	1.87	17.62	1.34**	24.9
8	0.7	21.2	0.4	32
9	0.99	22.58	9.26**	27.29
10	1.62	23.85	0.86	31.06
11	1	25.8	0.2	35.5
12	0.4	11.7**	0.1	17.3
13	1.22	22.22	0.62	38.07

	Calidad del dato analítico			
	LABORATORIO DE SUELOS			

	14	0.82	19.87	0.45	20.62
Mediana(1)		0.945	20.85	0.35	30.61
Mediana(2)			21.2	0.305	
MAD(1)		0.26	1.41	0.22	5.3
MAD(2)			21.2	0.145	

Estos programas cooperativos de intercambio o Round-Robin; la AOAC los define como un programa mediante el cual varios laboratorios analizan fracciones representativas de la misma muestra o muestras; usualmente se pretende medir la precisión y estimar la exactitud de resultados entre diferentes laboratorios.

Es necesario tener muy claro ciertos aspectos en relación con estos estudios de intercomparación; con el objeto de alcanzar la comparabilidad de los resultados analíticos Wilson, (1979); en primer lugar es necesario establecer un grupo de trabajo que coordine y oriente el proceso; en seguida se definen unos objetivos muy precisos sobre el alcance de este ejercicio; luego se seleccionan los métodos que serán evaluados incluyendo una definición muy precisa de los procedimientos que seguirán todos los laboratorios o puede aceptarse que cada laboratorio siga trabajando con su metodología y procedimiento específico.

Agotadas estas etapas cada laboratorio debe estimar su repetibilidad (S_r^2): varianza de los resultados obtenidos con el mismo método, idéntica muestra y bajo las mismas condiciones (el mismo operador, mismo aparato, etc); luego se procede a la construcción de los respectivos gráficos de control para cada una de las metodologías consideradas en el estudio; luego de agotar todas estas etapas se emprende el estudio InterLab.

El estudio interlaboratorio busca evaluar lo que se conoce como reproducibilidad; es decir, la varianza de los resultados obtenidos con las mismas muestras de control, pero diferentes condiciones; diferente analista, diferente aparato de medida; diferente laboratorio.

Este proceso de control externo se facilita grandemente si a nivel interno el laboratorio tiene definida una política de aseguramiento de la calidad; es decir, mecanismos que permiten verificar que el sistema está



funcionando dentro de ciertos límites de aceptabilidad; su objetivo es asegurar un nivel adecuado de precisión, controlando diferentes procesos:

Protocolo de muestreo; Muestras de control; Proceso de medición, Procedimientos; Manipulación de los datos, Equipos, Proceso de calibración, Personal (ASTM E882).

Factores genéricos que influyen en el proceso de control

Nivel de concientización del personal involucrado en el proceso de control; es necesario propiciar actitudes personales que tiendan al control y mejoramiento de los procesos.

Utilizar los procedimientos estadísticos más simples: procedimientos aritméticos y gráficos simplificados que controlen el proceso analítico.

Realizar el proceso de control al inicio de cada tanda de muestras; si ésta es muy grande intercalar el mecanismo de control en toda la tanda.

Definir claramente unos límites de control y decir exactamente qué debe hacerse en caso de ser excedidos.

Para cada método de análisis escoja una muestra control, la cual debe ser estable, homogénea y su concentración dentro del rango de interés deseado; en lo posible debe presentar unas características muy similares a las muestras problema.

Debe mantenerse una gran cantidad de este “patrón” interno con el fin de evitar el cambio permanente de éste.

Preparar siempre el material de control antes que se agote el precedente, de tal manera, que cuando este se agote, se tengan suficientes datos recopilados sobre el nuevo material.

Establezca un programa de supervisión que controle regularmente cada uno de los procesos analíticos.

Procedimientos para mejorar la precisión de los resultados analíticos: replicación; mediciones repetidas independientemente. Para una lectura obtenida en forma aleatoria a partir de una población normalmente distribuida; la desviación estándar de un número n de lecturas es $1/n$ veces la desviación estándar de una sola lectura. La independencia de las réplicas solo se logra si se repite completamente el proceso.

Control preciso de los instrumentos de medida y del personal que realiza los procedimientos.



Los instrumentos de medida se chequean mediante muestras patrón.

Entrenamiento del personal y valoración exacta de cada uno de los pasos y su significado e incidencia en el resultado que se espera obtener.

Control de estándares; un método o un procedimiento no pueden ser más precisos que los estándares con los cuales fue calibrado. El proceso de calibración juega vital importancia en el resultado final de cualesquier procedimiento analítico.

Control de procedimientos analíticos.

Cada metodología analítica se controla mediante un suelo "patrón"; para lo cual se utiliza un gráfico de control, donde se definen los siguientes parámetros: Contenido promedio del elemento que se está analizando en el "patrón" correspondiente; y los límites de variación permitidos, los cuales se representan mediante una zona de aceptación alrededor del valor promedio. En caso de excederse los límites de aceptación definidos, el analista debe chequear el proceso de calibración, el estado actual de los estándares, el blanco de tanda, etc.

En caso de encontrar la fuente del error sistemático; se procede a su corrección; y por supuesto se decide si se repite todo el proceso analítico; dependiendo de la etapa que introduce el error.

Bibliografía

1. Bauer, E.L. Manual de estadística para químicos; Ed. Alhambra, Barcelona, 1974.
2. Chatfield, C. Statistics for technology; Ed. Chapman and Hall, Londres, 1988.
3. Fundación Cargill. Análise Química do Solo para Fins de Fertilidade; Controle de qualidade dos resultados no laboratório. 1987, 147.
4. Kume, H. Herramientas estadísticas básicas para el mejoramiento de la calidad. Edit. Norma. 1994, 101.
5. Instituto Colombiano de Normas Técnicas; Normas 3000-3006; 1990
6. International Standard ISO 49 (1986) Guidelines for development of a Quality Manual for a Testing Laboratory, International Standardization Organization, Geneva, Switzerland
7. Massart, D.L; et al. Chemometrics: A text Book. Ed. Elsevier, Amsterdam, 1990.
8. Miller, J; Miller, J. Basic Statisticals Methods for Analytical Chemistry. Part 1. Statistics of Repeated Measurements. A Review. Analyst, Vol. 113, 1988, 1351.

 <p>UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA SEDE MEDELLÍN</p>	Calidad del dato analítico
	LABORATORIO DE SUELOS

9. Pola, A. Aplicación de la Estadística al Control de Calidad. Edit. Marcombo, S.A. 1993
10. Schultz,G and Brown,W. L. Quality Management(QA/QC) in the Analytical Laboratory. J. Assoc. Off Anal. Chem. Vol 74, No 5, 1991, 863.
11. Standard guide for accountability and quality control in the chemical analysis laboratory; Method E882-82 ASTM.
12. Taylor, J.K. Quality Assurance of Chemical Measurements. Lewis Publishers, 1987, 129.
13. Valcarcel, M y Rios, A. La Calidad en los Laboratorios Analíticos. Editorial Reverté, S.A. Barcelona, 1992, 71.
14. Wilson, A.L. Approach for Achieving Comparable Analytical Results from a Number of Laboratories. The Analyst. Vol 104, No 1237, 1979, 273